

سنتز و مشخصه‌یابی پوشش نانوکامپوزیت $FeAl/Al_2O_3$ بر زیرلایه فولادی تولید شده به روش آسیاکاری گلوله‌ای پرانرژی

مطهره اکبری، سهیل صابونی*، محمدحسین عنایتی و فتح‌اله کریم‌زاده
دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

(دریافت مقاله: ۱۳۹۳/۱۲/۱۴ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۵/۱۲/۲۲)

چکیده - در این پژوهش پوشش کامپوزیتی نانوساختار $FeAl/Al_2O_3$ به روش آسیاکاری مکانیکی از طریق یک واکنش مکانوشیمیایی بر سطح زیرلایه فولاد کربنی پوشش داده شد. مواد اولیه مصرفی Al ، Fe و Fe_2O_3 به میزان استوکیومتری به همراه زیرلایه و گلوله‌هایی به قطر چهار میلی‌متر در یک آسیای ارتعاشی پرانرژی تا ۲۲ ساعت تحت آسیاکاری قرار گرفت. برخی از نمونه‌های آسیا شده به مدت زمان یک و سه ساعت در دمای ۷۷۳ کلوین آنیل شدند. آزمون‌های پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، ریزسختی سنج و زبری سنج جهت ارزیابی مکانیزم واکنش مکانوشیمیایی و همچنین مشخصه‌یابی پوشش مورد استفاده قرار گرفت. واکنش مکانوشیمیایی در حین عملیات آسیاکاری پس از ۱۴ ساعت شروع و منجر به تشکیل جزئی نانوکامپوزیت $FeAl/Al_2O_3$ شد. افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۸ ساعت سبب افزایش مداوم ضخامت پوشش تا ۸۰ میکرومتر گردید و ادامه فرایند آسیاکاری پس از آن موجب کندی موضعی پوشش و ایجاد ترک در ساختار آن شد. ریزسختی پوشش ۱۸ ساعت آسیا شده معادل ۱۰۵۰ ویکرز تعیین شد. آنیل در دمای ۷۷۳ کلوین به مدت سه ساعت موجب تکمیل واکنش و سنتز پوشش نانوکامپوزیتی $FeAl/Al_2O_3$ شد. نتایج نشان داد که عملیات آنیل سبب افزایش سختی پوشش به ۱۲۰۰ ویکرز و بهبود قابل ملاحظه چسبندگی پوشش شد.

واژه‌های کلیدی: پوشش، نانوکامپوزیت، آسیاکاری مکانیکی، آلومیناید آهن.

Synthesis and Characterization of $FeAl/Al_2O_3$ Nanocomposite Coating on Carbon Steel Plate by High Energy Mechanical Alloying

M. Akbari, S. Sabooni*, M. H. Enayati and F. Karimzadeh

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

Abstract: In the present study, $FeAl/Al_2O_3$ nanocomposite coating was produced on the carbon steel plate using mechanical alloying (MA) technique via a mechanochemical reaction. Stoichiometric ratios of Fe, Al and Fe_2O_3 as well as a substrate were mixed and milled up to 22h in a vibrating high energy mill with a 4 mm ball. Samples prepared after 18h of MA were subjected to annealing at 773 K for 1-3 h. X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and microhardness measurements were carried out to study mechanochemical reaction and coating formation characterization. The results showed that mechanochemical reactions were started after 10h of MA, which finally caused the slight formation of $FeAl/Al_2O_3$ nanocomposite. Increasing the milling time to 18 hours led to the continuous increase of the coating thickness up to 80 μm , while the coating layer fractured and began to peel by further milling. The microhardness of the coating after 18h milling was 1050 vickers. Annealing of the 18h milled powders at 773K for 3h led to the complete formation and synthesis of the $FeAl/Al_2O_3$ nanocomposite. The results showed that the annealing treatment had considerable effects on the hardness increase up to 1200 vickers as well as adhesion strength of the composite coating.

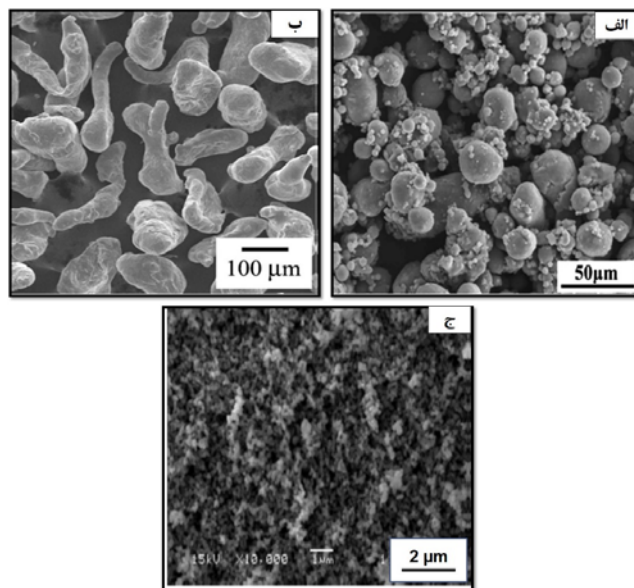
* : مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: s.sabooni@ma.iut.ac.ir

۱- مقدمه

فولادهای ساده کربنی بیشترین تناژ استفاده در صنایع مختلف را دارا می‌باشند. با این حال در برخی کاربردها نیاز است که مقاومت به سایش، خوردگی و اکسیداسیون آنها جهت اطمینان از کارکرد طولانی مدت و عدم تخریب زود هنگام افزایش یابد. یکی از راهکارهای بهبود خواص مکانیکی و خوردگی فولادهای ساده کربنی استفاده از پوشش‌های سطحی محافظ است [۱ و ۲]. آلومینیدهای آهن به دلیل دارا بودن تلفیقی از خواص مکانیکی مناسب، چگالی کم، هزینه مواد اولیه پایین و مقاومت اکسیداسیون و سولفیداسیون عالی گزینه مناسبی جهت پوشش‌دهی فولادهای ساده کربنی است [۳]. انعطاف‌پذیری اندک ترکیبات بین فلزی و از جمله آلومینیدهای آهن که ناشی از محدود بودن سیستم‌های لغزشی این ترکیبات می‌باشد، همواره به‌عنوان یکی از موارد محدودساز در عملیاتی شدن آنها مطرح بوده است. در سالیان گذشته روش‌هایی چون آلیاژسازی با عنصر سوم، کامپوزیت‌سازی و کاهش اندازه دانه‌ها تا مقیاس نانومتری جهت بهبود چقرمگی آلومینیدهای آهن به‌کار گرفته شده است [۴ - ۶]. روش‌های متعددی جهت پوشش‌دهی آلومینیدهای آهن و کامپوزیت‌های آن بر زیرلایه‌های فولادی در راستای بهره‌گیری بهینه از خواص دمایی بالای آنها استفاده شده که از آن جمله می‌توان به روش‌های پاشش پلاسما [۷]، پاشش شعله‌ای سرعت بالا [۸] و پاشش سرد [۹] اشاره کرد. در سال‌های اخیر روش آسیاکاری مکانیکی به‌عنوان روشی ساده و پربازده در مهندسی سطح مطرح شده است [۱۰ و ۱۱]. اصول فرایند بدین گونه است که زیرلایه در یک سمت محفظه آسیاکاری حاوی پودرهای اولیه قرار گرفته و تحت برخورد متوالی گلوله‌های پرانرژی قرار می‌گیرد. برخورد مکرر گلوله‌ها و ذرات پودر به زیرلایه سبب جوش سرد و ایجاد پوشش می‌شود. یکی از مهمترین ویژگی‌های این روش پوشش‌دهی کاهش اندازه دانه‌های پوشش به مقیاس نانومتری است که تأثیر قابل ملاحظه‌ای بر سختی و رفتار سایشی پوشش خواهد داشت. از جمله مزایای دیگر این فرایند می‌توان به

قابل اجرا بودن آن در دمای محیط اشاره کرد. این ویژگی مانع از ایجاد تغییرات فازی و ساختاری ناخواسته در زیرلایه و پوشش در دمای بالا می‌شود.

رومانکوف و همکاران [۱۲] برای اولین مرتبه قابلیت استفاده از فرایند آسیاکاری مکانیکی جهت پوشش‌دهی Al و TiAl بر زیرلایه تیتانیومی را معرفی کردند. پوشش‌هایی عاری از تخلخل و با چسبندگی مطلوب به زیرلایه با ضخامت ۵۰ میکرومتر در خصوص پوشش آلومینیومی و ۲۰۰ میکرومتر در خصوص پوشش بین فلزی TiAl به‌دست آمد. گوپتا و همکاران [۱۳] پوشش نانو ساختار Fe-Si را بر زیرلایه فولاد ساده کربنی به روش آسیاکاری مکانیکی پوشش دادند. ضخامت پوشش تابعی از زمان و سرعت آسیاکاری بود. نتایج نشان داد که مکانیزم محتمل شکل‌گیری پوشش شامل سه مرحله برخوردی پی در پی، جوش سرد و لایه لایه شدن است. سختی پوشش بیش از دو برابر زیرلایه ارزیابی شد. محمدنژاد و همکاران [۱۴] تأثیر دمایی آنیل بر ریزساختار و خواص مکانیکی پوشش نانو ساختار NiAl سنتز شده به روش آسیاکاری مکانیکی بر زیرلایه فولادی را مورد مطالعه قرار دادند. نتایج نشان داد که پوشش به‌دست آمده از آسیاکاری پیش از آنیل حاوی محلول جامد Ni(Al)، ترکیب بین فلزی NiAl و آلومینیوم باقی‌مانده است. در حالی که آنیل در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد سبب تکمیل واکنش و تک‌فاز شدن پوشش شده که بهبود سختی و رفتار سایشی را در پی داشته است. محمدنژاد و همکاران [۱۵] همچنین در مقاله‌ای دیگر از آسیا ارتعاشی پرانرژی جهت سنتز در جای پوشش نانوکامپوزیت NiAl-TiC بر زیرلایه فولاد کربنی استفاده کردند. نتایج نشان داد که افزایش زمان آسیاکاری سبب پیشرفت تدریجی واکنش شده به طوری که واکنش پس از ۴۸۰ دقیقه به اتمام رسیده و نانوذرات تقویت کننده TiC به‌طور یکنواخت در پوشش توزیع شده است. میزان سختی پوشش



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از پودرهای مصرفی: الف) آهن، ب) آلومینیوم، ج) اکسید آهن

کامپوزیتی ۵ برابر زیرلایه فولادی ارزیابی شد. ویسموگرو و همکاران [۱۶] به بررسی مکانیزم تشکیل پوشش FeAl بر زیرلایه آلومینیومی به روش آسیاکاری مکانیکی پرداختند. نتایج نشان داد که در نسبت تعادلی امکان سنتز و پوشش دهی ترکیب بین فلزی در زمان کوتاهی میسر است. این در حالی است که ادامه آسیاکاری مکانیکی پس از سنتز FeAl سبب ایجاد ترک و لایه لایه شدن پوشش شده و به مرور از ضخامت و سختی پوشش خواهد کاست. آریانتو و همکاران [۱۷] نیز ترکیب بین فلزی FeAl را از طریق آسیاکاری مکانیکی به همراه عملیات حرارتی بر زیرلایه فولادی پوشش دهی نمودند. نتایج تحقیقات نشان داد که محلول جامد Fe(Al) حاصل از آسیاکاری مکانیکی پس از عملیات حرارتی در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت به ترکیب بین فلزی FeAl استحاله یافته است.

۲- مواد و روش تحقیق

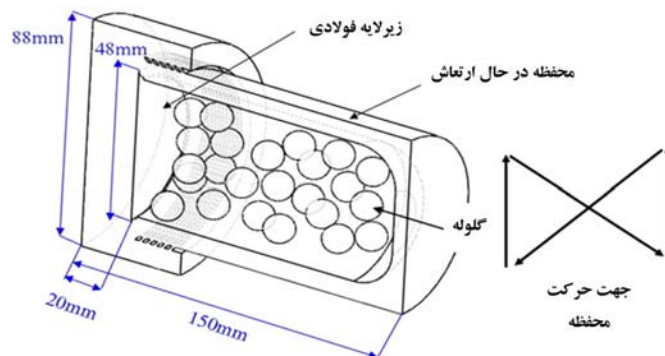
در این پژوهش، دیسک‌هایی از جنس فولاد ساده کربنی CK۴۵ با ضخامت چهار میلی‌متر و قطر ۴۸ میلی‌متر به‌عنوان زیرلایه پوشش مورد استفاده قرار گرفت. پودرهای آلومینیوم، آهن و اکسید آهن به‌عنوان مواد اولیه جهت سنتز پوشش نانوکامپوزیتی Al_2O_3 -۲۵wt.% FeAl براساس واکنش (۱) استفاده شدند:



شکل (۱) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی پودرهای اولیه را نشان می‌دهد. پودر آهن که دارای خلوص ۹۹+ است، عموماً دارای مورفولوژی کروی بوده و ابعادی کمتر از ۵۰ میکرومتر دارد. پودر آلومینیوم مصرفی دارای خلوص ۹۹/۵ درصد بوده و دارای شکلی نامنظم می‌باشد که محدوده ابعاد آنها بین ۵۰-۱۰۰ میکرومتر

مطالعات مروری نشان داد که عمده تحقیقات در زمینه پوشش دهی به روش آسیاکاری مکانیکی محدود به پوشش دهی عناصر و یا ترکیبات بین فلزی در سیستم‌های Ni-Al، Ti-Al و Fe-Si بوده و کمتر گزارشی در خصوص سنتز و پوشش دهی درجای آلومینایدهای آهن گزارش شده است. همچنین هیچ‌گونه گزارش منتشر شده‌ای در خصوص پوشش دهی درجای

پوشش دهی به روش آسیاکاری مکانیکی محدود به پوشش دهی عناصر و یا ترکیبات بین فلزی در سیستم‌های Ni-Al، Ti-Al و Fe-Si بوده و کمتر گزارشی در خصوص سنتز و پوشش دهی درجای آلومینایدهای آهن گزارش شده است. همچنین هیچ‌گونه گزارش منتشر شده‌ای در خصوص پوشش دهی درجای



شکل ۲- شماتیک از فرایند پوشش دهی با استفاده از آسیای گلوله ای ارتعاشی

فیلیپس مدل XPERT-MPD و تحت ولتاژ ۴۰ کیلوولت انجام شد. جهت محاسبه اندازه دانه و کرنش شبکه از داده های پراش پرتو ایکس از روش ویلیامسون- هال بهره گرفته شد [۱۸]:

$$BC\cos\theta = \left(\frac{0.9\lambda}{D}\right) + 2\varepsilon\sin\theta \quad (2)$$

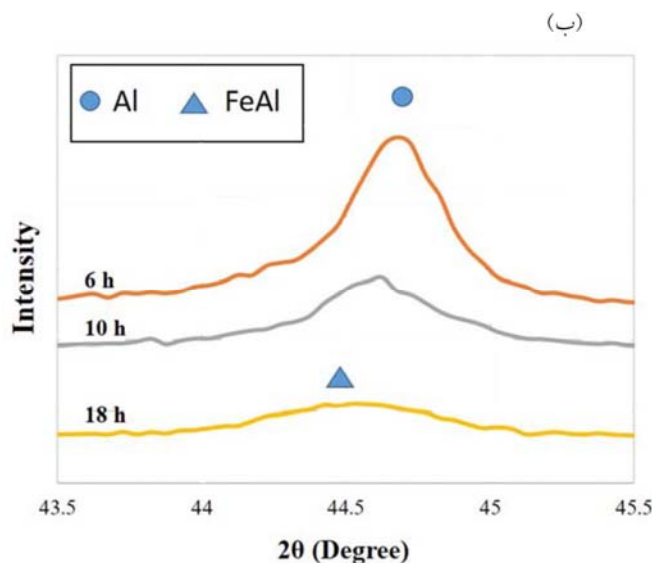
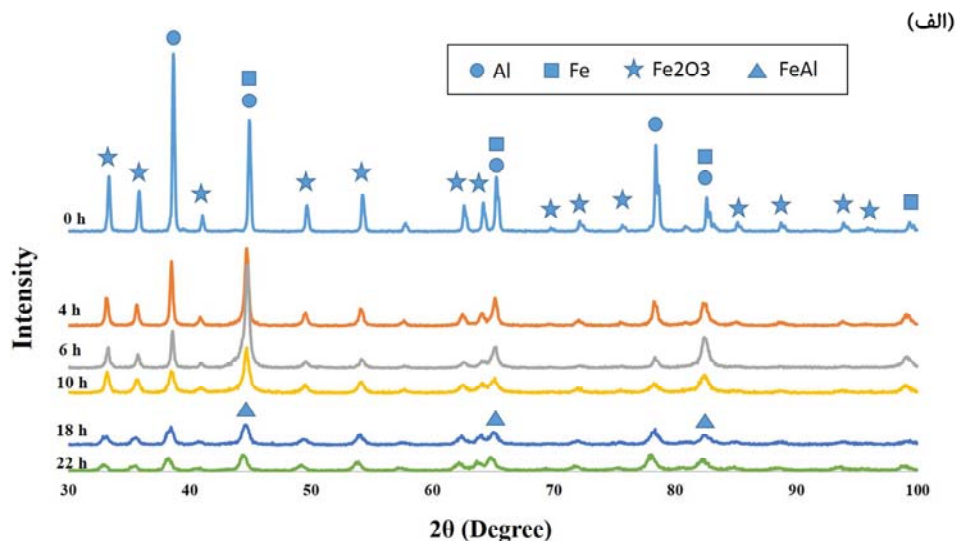
در رابطه فوق θ زاویه پراش، β پهنای پیک در نیمه ارتفاع، ε کرنش داخلی، λ طول موج پرتو ایکس مورد استفاده و D اندازه دانه است. براساس این رابطه کرنش میانگین براساس شیب منحنی خطی $2\sin\theta\cos\theta$ و اندازه دانه براساس محل تقاطع این خط در $\sin\theta = 0$ قابل پیش بینی است. به منظور بررسی ریزساختار و ضخامت پوشش از میکروسکوپ الکترونی روبشی فیلیپس مدل XL۳۰ با ولتاژ کاری ۲۰ کیلوولت استفاده شد. ضخامت پوشش براساس تصاویر میکروسکوپی و نرم افزار آنالیز تصویر J Image تعیین شد. سختی پوشش با دستگاه ریزسختی سنج تحت بار اعمالی ۳۰۰ گرم و مدت زمان ۱۰ ثانیه سنجیده شد. نتایج گزارش شده سختی پوشش از میانگین حداقل ۵ آزمایش به دست آمد. زبری پوشش با استفاده از دستگاه زبری سنج Bestone مدل SRT-۶۲۲۳ ارزیابی شد. عدد زبری ۱۰ قسمت به صورت خطی به عنوان زبری میانگین در نظر گرفته شد. استحکام چسبندگی پوشش نیز به روش Pull-off و براساس استاندارد ASTM D۴۵۴۱ به دست آمد.

۳- نتایج و بحث

شکل (۳- الف) الگوهای پراش پرتو ایکس مخلوط پودری

است. پودر اکسید آهن نیز کلوخه های از ذرات بسیار ریز با ابعاد کمتر از یک میکرومتر است.

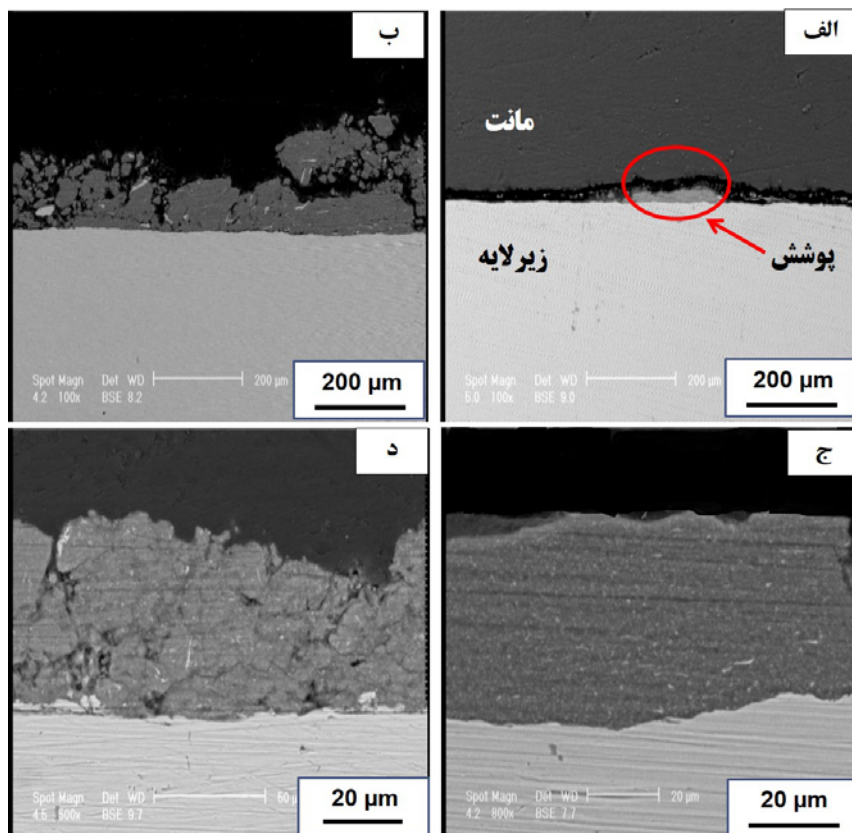
جهت پوشش دهی از آسیای گلوله ای ارتعاشی (SPEX ۸۰۰۰) استفاده شد. وجود انرژی ضربه ای بالاتر را می توان از جمله مزیت های این آسیا نسبت به انواع متداول آسیاهای گلوله ای سیاره ای دانست. از سوی دیگر حرکت رفت و برگشتی گلوله ها در این نوع آسیا امکان پوشش دهی در زمان های کوتاه را فراهم می سازد. محفظه مورد استفاده با حجم داخلی ۳۵ سانتی متر مکعب، از جنس فولاد سخت پرکروم انتخاب گردید. زیرلایه فولادی در انتهای محفظه تعبیه شد و محفظه با استفاده از پودرهای اولیه و گلوله فولادی به قطر ۴ میلی متر پر شد. شکل (۲) شماتیک از فرایند پوشش دهی با استفاده از آسیای ارتعاشی پراثری را نشان می دهد. در تمامی آزمایشات نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰:۱ انتخاب و آسیاکاری تحت اتمسفر خنثی آرگون انجام شد. به منظور ایجاد زبری یکنواخت و حذف آلودگی های سطحی، تمامی زیرلایه های فولادی پیش از شروع فرایند پوشش دهی سنباده زنی شده و با استون شستشو داده شدند. جهت بررسی پایداری حرارتی و استحاله های فازی پوشش در دمای بالا، عملیات حرارتی نمونه ها در کوره خلأ در دمای ۵۰۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان یک و سه ساعت انجام گرفت. آنالیز فازی پوشش سنتز شده در زمان های مختلف آسیاکاری با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) انجام گرفت. آزمون پراش پرتو ایکس با دستگاه



شکل ۳- الف) الگوی پراش پرتو ایکس پوشش در زمان‌های مختلف آسیاکاری و ب) با بزرگ‌نمایی بالاتر

الگوی پراش پرتو ایکس نمونه ۱۸ ساعت آسیا شده پیک‌های جدیدی که معرف FeAl و Al_2O_3 هستند، ظاهر شده‌اند (شکل ۳- ب) این در حالی است که در کنار تشکیل این محصولات، پیک‌های مواد اولیه همچنان حضور داشته و بیانگر آن است که واکنش به صورت جزئی در حین آسیاکاری به وقوع پیوسته است. ادامه آسیاکاری تا ۲۲ ساعت، اگر چه سبب پیشرفت واکنش شده با این حال مشاهده می‌شود که هنوز پیک‌های مواد

Fe-Al- Fe_2O_3 را در زمان‌های مختلف آسیاکاری نشان می‌دهد. افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۰ ساعت تنها سبب کاهش شدت و پهن شدن پیک‌های مواد اولیه می‌شود که ناشی از کاهش اندازه دانه و افزایش کرنش شبکه در حین آسیاکاری مکانیکی است کاهش اندازه دانه‌ها می‌تواند با افزایش عیوب شبکه نفوذپذیری اتمی عناصر و همچنین قابلیت واکنش‌پذیری آنها را به میزان قابل ملاحظه‌ای بهبود بخشد [۱۹]. این در حالی است که در



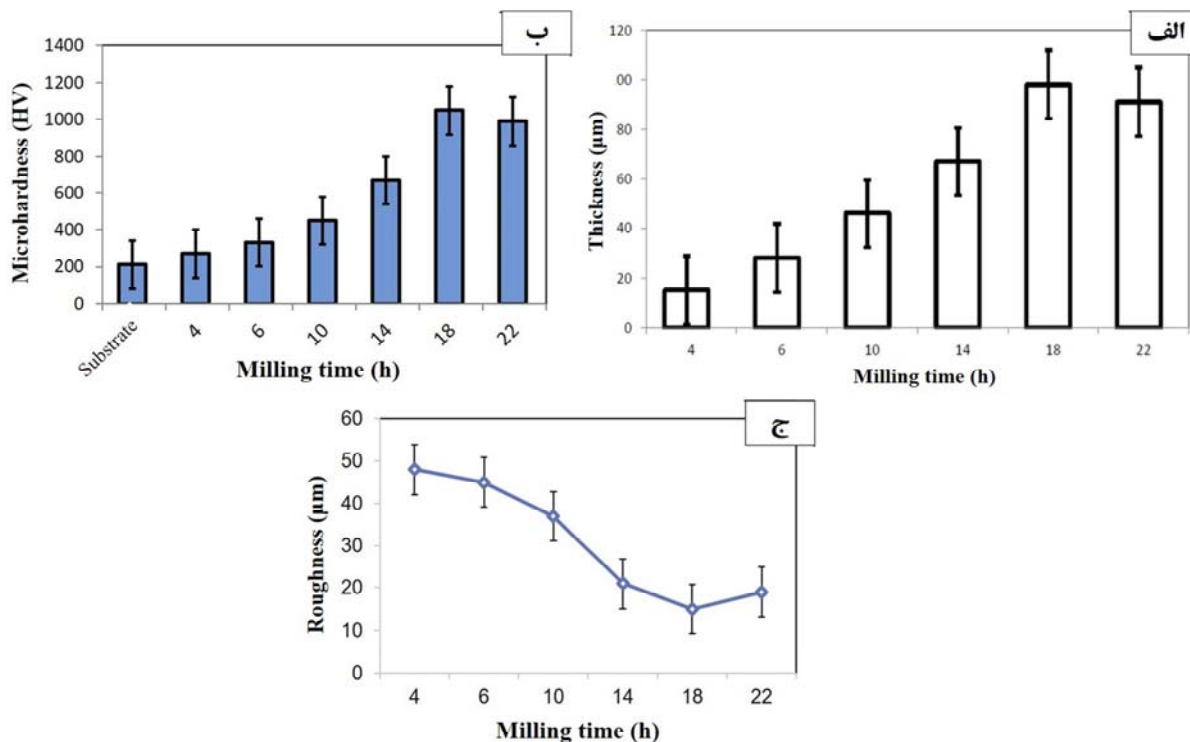
شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از فصل مشترک پوشش و زیرلایه در زمان‌های مختلف آسیاکاری: (الف) ۴ ساعت، (ب) ۱۰ ساعت، (ج) ۱۸ ساعت، (د) ۲۲ ساعت

اولیه در الگوی پراش حضور دارند.

شکل (۴) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از فصل مشترک زیرلایه و پوشش را در زمان‌های مختلف آسیاکاری نشان می‌دهد. پس از چهار ساعت آسیاکاری (شکل ۴-الف) سطح نمونه دارای پوششی جزیره‌ای است به گونه‌ای که پوشش کاملاً غیریکنواخت، متخلخل و کلوخه‌ای است و به عبارت دیگر اتصال مطلوبی میان ذرات پودر و زیرلایه ایجاد نشده است. افزایش زمان آسیاکاری به ۱۰ ساعت (شکل ۴-ب) سبب می‌شود که پوششی با ضخامت تقریباً یکنواخت بر سطح زیرلایه ایجاد شود. البته این پوشش دارای تخلخل‌های متعددی است که در نواحی نزدیک سطح افزایش می‌یابد. پس از ۱۸ ساعت آسیاکاری مکانیکی (شکل ۴-ج)، که براساس ارزیابی پراش پرتو ایکس محصولات به صورت جزئی ایجاد شده‌اند،

پوششی کاملاً یکنواخت و همگن بر سطح تشکیل شده است. همچنین تخلخل‌های پوشش به شدت کاهش یافته و ضخامت پوشش در نقاط مختلف تقریباً یکسان و برابر ۸۰ میکرومتر است. افزایش زمان آسیاکاری تا ۲۲ ساعت (شکل ۴-د) تأثیر مخربی بر پوشش داشته و ترک‌های فراوانی را در پوشش ایجاد کرده است. ترد بودن ساختار پوشش در این مرحله را می‌توان دلیل اصلی ترک خوردن و کندگی پوشش با افزایش زمان آسیاکاری دانست. رفتار مشابهی در سنتز پوشش کامپوزیتی نانو ساختار NiAl/TiC به روش آسیاکاری مکانیکی در زمان‌های طولانی مشاهده شده است [۱۵].

(شکل ۵-الف) تأثیر زمان آسیاکاری بر ضخامت پوشش را نشان می‌دهد. برخورد مکرر گلوله‌ها به پوشش سبب افزایش مداوم ضخامت پوشش تا ۸۰ میکرومتر پس از ۱۸ ساعت

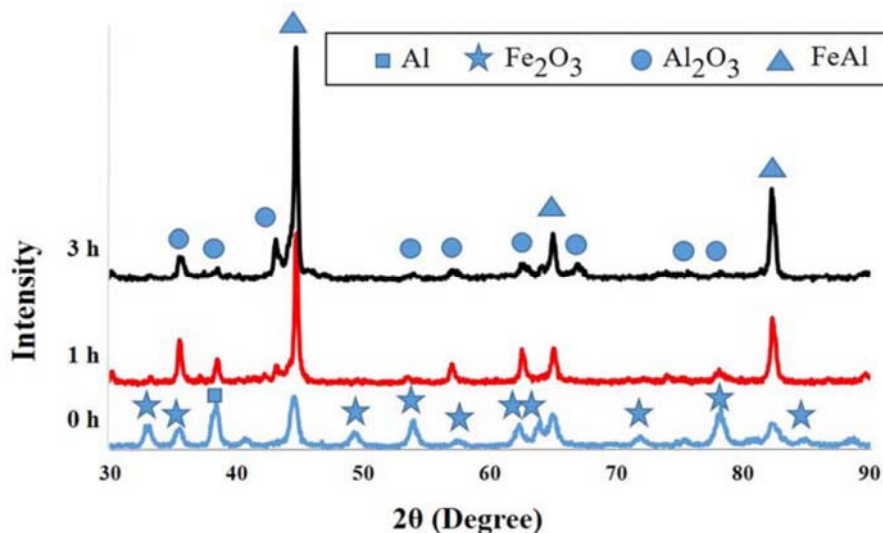


شکل ۵- تأثیر زمان آسیاکاری بر: الف) ضخامت، ب) ریزسختی و ج) زبری پوشش

گلوله‌ها در حین فرایند و افزایش یکنواختی پوشش را می‌توان دلیل اصلی کاهش زبری با افزایش زمان آسیاکاری عنوان کرد. با این حال ترک خوردن و کندگی پوشش در مراحل بعد که بیشتر در تصاویر ریزساختاری مورد مشاهده قرار گرفت، سبب افزایش زبری پس از ۱۸ ساعت آسیاکاری شده است. جوش سرد و شکست ذرات در طی فرایند آسیاکاری مکانیکی همواره دو پدیده متضاد در تقابل با یکدیگر هستند [۱۹]. در زمان‌های ابتدایی فرایند برخورد گلوله‌ها به ذرات سبب پهن شدن آنها شده و پدیده جوش سرد به وقوع می‌پیوندد. این پدیده سبب کاهش میزان زبری سطح پوشش خواهد شد. با افزایش زمان میزان تنش پسماند در پوشش افزایش خواهد یافت و به مرور منجر به پیدایش و اشاعه میکروتُرک‌هایی در ساختار می‌شود. این میکروتُرک‌ها در زمان‌های طولانی به یکدیگر پیوسته و منجر به کندگی پوشش و لذا افزایش زبری سطح پوشش خواهند شد.

همان‌گونه که نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس نمونه ۱۸ ساعت آسیا شده نشان داد، علاوه بر محصولات واکنش

آسیاکاری شده است. در حالی که افزایش زمان به بیش از این حد کاهش ضخامت را در پی داشته است. ترک خوردن پوشش و کندگی آن در زمان‌های طولانی آسیاکاری را می‌توان دلیلی بر کاهش ضخامت در زمان‌های طولانی آسیاکاری دانست. شکل (۵-ب) تغییرات ریزسختی پوشش برحسب زمان آسیاکاری را نشان می‌دهد. با افزایش زمان آسیاکاری تا چهار ساعت تغییر چندانی در سختی پوشش مشاهده نشد. با این حال با افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۸ ساعت سختی مرتباً افزایش یافته که می‌تواند ناشی از کاهش اندازه دانه‌های مواد اولیه، حضور تنش پسماند در ساختار پوشش ناشی از ضربات پی‌درپی گلوله‌ها و همچنین تشکیل جزئی فاز بین فلزی FeAl باشد. سختی پوشش پس از ۱۸ ساعت آسیاکاری تا ۱۰۵۰ ویکرز افزایش یافته است. شکل (۵-ج) نیز تغییرات زبری سطح پوشش برحسب زمان آسیاکاری را نشان می‌دهد. افزایش زمان آسیاکاری تا ۱۸ ساعت سبب کاهش زبری سطح به ۱۵ میکرومتر شده است. فشردگی ذرات پودری در اثر برخورد



شکل ۶- الگوهای پراش پرتو ایکس پوشش نانوکامپوزیتی FeAl/Al₂O₃ پس از آنیل در دمای ۵۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های مختلف

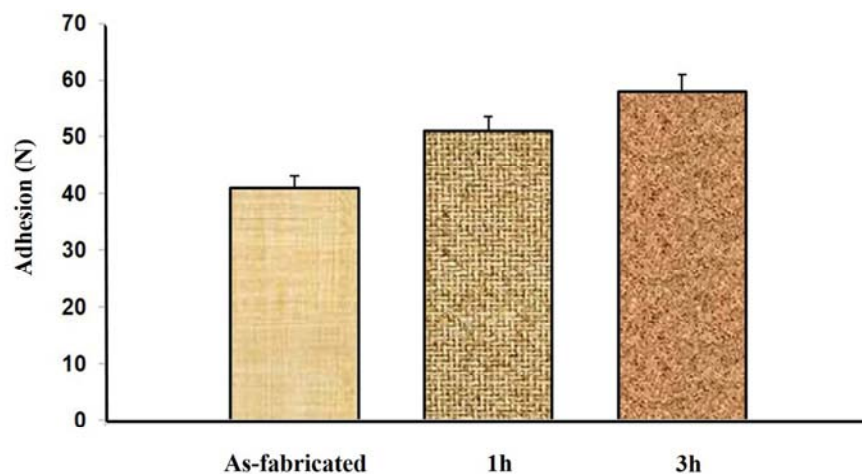
جدول ۱- تغییرات اندازه دانه و کرنش شبکه پوشش FeAl/Al₂O₃ پیش و پس از آنیل

۳ ساعت		۱ ساعت		پوشش اولیه		زمان
Al ₂ O ₃	FeAl	Al ₂ O ₃	FeAl	Al ₂ O ₃	FeAl	ترکیب
۴۱	۷۶	۳۱	۴۰	۲۹	۲۱	اندازه دانه (نانومتر)
۰/۶	۰/۵	۰/۸	۰/۹	۱	۱/۲	کرنش داخلی (/.)

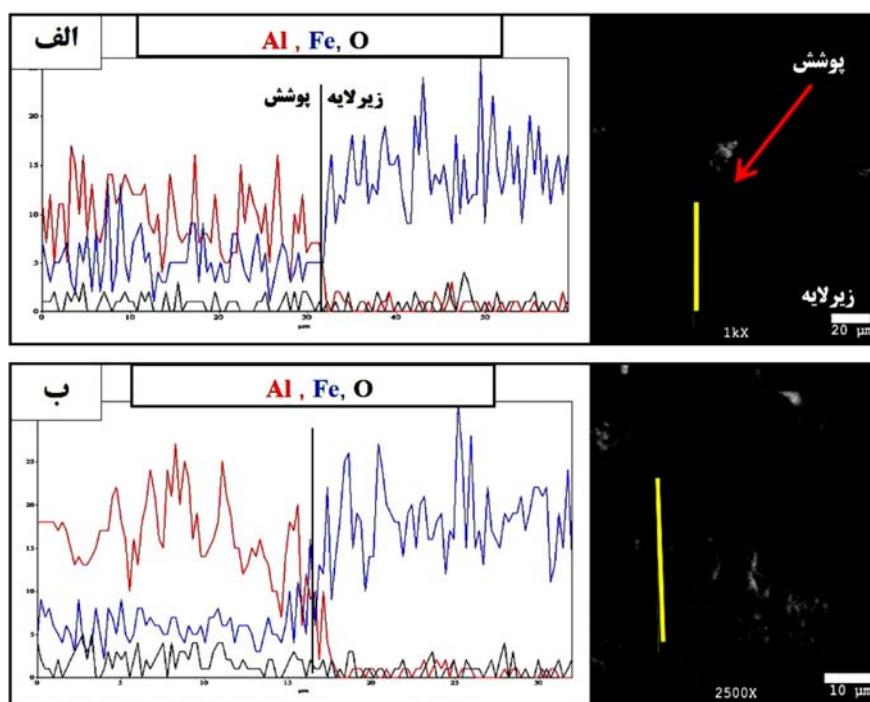
۱ خلاصه گردید. اندازه دانه فاز FeAl در پوشش پیش از آنیل معادل ۲۱ نانومتر بود که پس از یک و سه ساعت آنیل به مقادیر ۴۰ و ۷۶ نانومتر افزایش یافت. افزایش زمان آنیل همچنین کاهش کرنش شبکه پوشش نانو ساختار را به همراه داشت. عملیات حرارتی پوشش ۱۸ ساعت آسیا شده با تکمیل واکنش در پوشش فعال شده سبب افزایش سختی شد به گونه‌ای که ریزسختی نمونه سه ساعت آنیل شده تا ۱۲۰۰ ویکرز افزایش یافت. این میزان بسیار بالاتر از سختی گزارش شده توسط وانگ و همکاران [۲۰] برای نانوکامپوزیت FeAl/Al₂O₃ با ترکیب مشابه بود (۶۰۰ ویکرز) که به روش پاشش سرد تهیه شده بود. دلیل بهبود سختی در پوشش تولید شده به روش آسیاکاری مکانیکی را می‌توان در قابلیت فرایند آسیاکاری مکانیکی در سنتز پوشش‌های نانو ساختار دانست.

شکل (۷) میزان چسبندگی پوشش را به‌عنوان تابعی از زمان

(FeAl و Al₂O₃) مقادیری از مواد واکنش دهنده هنوز در ترکیب پوشش حضور دارند. جهت تکمیل واکنش نمونه‌های پوشش داده شده به مدت یک و سه ساعت در دمای ۷۷۳ کلونین (۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) آنیل شدند. شکل (۶) الگوی پراش پرتو ایکس پوشش ۱۸ ساعت آسیا شده را پس از آنیل در دمای ۷۷۳ کلونین نشان می‌دهد. پس از یک ساعت آنیل تعدادی از پیک‌های Al₂O₃ (JCPDS No. ۰۴۶-۱۲۱۲) در الگوی پراش ظاهر شده و شدت پیک‌های FeAl نسبت به پوشش آسیا شده افزایش یافته است. با این حال هنوز تعدادی از پیک‌های مواد اولیه در الگوی پراش حضور دارند. پس از سه ساعت آنیل، تمامی پیک‌های مواد اولیه از الگوی پراش حذف شده و نانوکامپوزیت FeAl/Al₂O₃ به‌طور کامل تشکیل شده است. اندازه دانه و کرنش شبکه پوشش پیش از آنیل و پس از آن براساس رابطه ویلیامسون هال تخمین زده شد و در جدول



شکل ۷- تأثیر زمان عملیات حرارتی آنیل بر استحکام چسبندگی پوشش و زیرلایه



شکل ۸- (رنگی در نسخه الکترونیکی) آنالیز عنصری خطی در طول فصل مشترک پوشش و زیرلایه: الف) پیش از عملیات حرارتی و ب) پس از عملیات حرارتی

پوشش و زیرلایه انجام گرفت که نتایج آن در شکل (۸) قابل مشاهده است. در نمونه پیش از آنیل، تغییرات میزان آهن و آلومینیوم در فصل مشترک به صورت ناگهانی و جهشی است در حالی که پس از آنیل با افزایش نفوذ اتمی این افت تدریجی بوده است به گونه‌ای که این کاهش تا فاصله ۱۵ میکرومتری از

آنیل نشان می‌دهد. چسبندگی پوشش پس از عملیات آسیاکاری و پیش از آنیل معادل ۴۰ نیوتن بود که پس از یک و سه ساعت آنیل به ترتیب تا مقادیر ۵۰ و ۶۰ نیوتن افزایش یافت. جهت بررسی دلایل افزایش چسبندگی پوشش و زیرلایه پس از عملیات حرارتی، آنالیز عنصری خطی از فصل مشترک

فصل مشترک نیز ادامه دارد. افزایش نفوذ اتمی با افزایش زمان آنیل را می‌توان یکی از عمده‌ترین دلایل بهبود چسبندگی پوشش پس از عملیات آنیل دانست.

۴- نتیجه‌گیری

مهمترین نتایج به‌دست آمده از پژوهش حاضر عبارت است از: آسیاکاری مکانیکی با موفقیت جهت سنتز و پوشش‌دهی درجای کامپوزیت نانوساختار $\text{FeAl/Al}_2\text{O}_3$ با ضخامت ۸۰ میکرومتر بر سطح زیرلایه فولاد ساده کربنی به‌کار گرفته شد. افزایش زمان آسیاکاری مواد اولیه تا ۱۸ ساعت سبب افزایش مداوم ضخامت پوشش گردید و پس از آن به‌دلیل تردی پوشش برخورد مکرر گلوله‌ها به آن منجر به ایجاد ترک‌های

واژه‌نامه

ریز و کندگی پوشش شد. جهت تکمیل واکنش مکانوشیمیایی و سنتز پوشش کامپوزیتی $\text{FeAl/Al}_2\text{O}_3$ نمونه‌های ۱۸ ساعت آسیا شده در دمای ۷۷۳ کلوین (۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) تحت عملیات آنیل قرار گرفتند. افزایش زمان آنیل سبب افزایش نفوذ اتمی و بهبود چسبندگی به زیرلایه پوشش شد. اندازه دانه‌های پوشش پس از سه ساعت آنیل در مقیاس نانومتری باقی ماند. ریزسختی پوشش پس از ۱۸ ساعت آسیاکاری معادل ۱۰۵۰ ویکرز بود که پس از سه ساعت آنیل در دمای ۷۷۳ کلوین (۵۰۰ درجه سانتی‌گراد) به ۱۲۰۰ ویکرز افزایش یافت.

1. delamination

مراجع

1. Marder, A. R., "The Metallurgy of Zinc Coated Steel", *Progress in Materials Science*, Vol. 45, pp. 191-271, 2000.
2. Kelesoglu, E., Mitterer, C., and Urgen, M., "Corrosion Characteristics of Plain Carbon Steel Coated with TiN and ZrN under High-Flux Ion Bombardment", *Surface and Coating Technology*, Vol. 160, No. 1, pp. 82-86, 2002.
3. Stoloff, N. S., "Iron Aluminides: Present Status and Future Prospects", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 258, pp. 1-14, 1998.
4. Rafiei, M., Enayati, M. H., and Karimzadeh, F., "Mechanochemical Synthesis of $(\text{Fe,Ti})_3\text{Al-Al}_2\text{O}_3$ Nanocomposite", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 488, No. 1, pp. 144-147, 2009.
5. Aghili, S. E., Enayati, M. H., and Karimzadeh, F., "Synthesis of Nanocrystalline $(\text{Fe,Cr})_3\text{Al}$ Powders by Mechanical Alloying", *Materials and Manufacturing Process*, Vol. 27, No. 4, pp. 467-471, 2012.
6. Morris-Munoz, M. A., Dodge, A., and Morris, D. G., "Structure, Strength and Toughness of Nanocrystalline FeAl", *Nanostructured Materials*, Vol. 11, No. 7, pp. 873-885, 1999.
7. Song, B., Dong, Sh., Liao, H., and Coddet, Ch., "Microstructure and Wear Resistance of $\text{FeAl/Al}_2\text{O}_3$ Intermetallic Composite Coating Prepared by Atmospheric Plasma Spraying", *Surface and Coating Technology*, Vol. 268, pp. 24-29, 2015.
8. Guilemany, J. M., Cinca, N., Dosta, S., and Lima, C. R. C., "High-Temperature Oxidation of Fe40Al Coatings Obtained by HVOF Thermal Spray", *Intermetallics*, Vol. 15, pp.1384-1394, 2007.
9. Yang, G. J., Wang, H. T., Li, C. J., and Li, C. X., "Effect of Annealing on the Microstructure and Erosion Performance of Cold-Sprayed FeAl Intermetallic Coating", *Surface and Coating Technology*, Vol. 205, pp. 5502-5509, 2011.
10. Pouriamanesh, R., Vahdati-Khaki, J., and Mohammadi, Q., "Coating of Al Substrate by Metallic Ni through Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 488, pp. 430-436, 2009.
11. Romankov, S., Kaloshkin, S. D., Hayasaka, Y., Sagdoldina, Zh., Komarov, S.V., Hayashi, N., and Kasai, E., "Structural Evolution of the Ti-Al Coatings Produced by Mechanical Alloying Technique", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 483, pp. 386-388, 2009.
12. Romankov, S., Sha, W., Kaloshkin, S. D., and Kaevitser, K., "Fabrication of Ti-Al Coatings by Mechanical Alloying Method", *Surface and Coating Technology*, Vol. 201, pp. 3235-3245, 2006.

13. Gupta, G., Monda, K., and Balasubramaniam, R., "In Situ Nanocrystalline Fe-Si Coating by Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 482, pp. 118-122, 2009.
14. Mohammadnezhad, M., Shamanian, M., Enayati, M. H., and Salehi, M., "Influence of Annealing Temperature on the Structure and Properties of the Nanograined NiAl Intermetallic Coatings Produced by using Mechanical Alloying", *Surface and Coating Technology*, Vol. 217, pp. 64-69, 2013.
15. Mohammadnezhad, M., Shamanian, M., Enayati, M. H., Salehi, M., and Hoseynian, A., "Microstructures and Properties of NiAl-TiC Nanocomposite Coatings on Carbon Steel Surfaces Produced by Mechanical Alloying Technique", *Surface and Coating Technology*, Vol. 238, pp. 180-187, 2014.
16. Wismogroho, A. S., Widayatno W. B., Suryadi, Zaini Thosin, K. A., Rochman, N. T., and Sueyoshi, H., "Iron Aluminide Coating on Al by Mechanical Alloying", *Surface Engineering*, Vol. 27, No. 2, pp. 126-133, 2011.
17. Aryanto, D., Wismogroho, A. S., and Sudiro, T., "Structure Evolution of Fe-50%Al Coating Prepared by Mechanical Alloying", *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 739, 012132, 2016.
18. Williamson, K., and Hall, W. H., "X-ray Line Broadening from Field Aluminum and Wolfram", *Acta Metallurgica*, Vol. 1, pp. 22-31, 1953.
19. Suryanarayana, C., "Mechanical Alloying and Milling", *Progress in Materials Science*, Vol. 46, pp. 1-184, 2001.
20. Wang, H. T., Li, Ch. J., Yang, G. J., and Li, Ch. X., "Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Property of Cold-Sprayed Nanostructured FeAl/Al₂O₃ Intermetallic Composite Coating", *Vacuum*, Vol. 83, pp. 146-152, 2008.